

1/5/1

DIALOG(R)File 351:Derwent WPI

(c) 2002 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.

013010809

WPI Acc No: 2000-182661/200016

XRAM Acc No: C00-057258

Composite thermoplastic material for use in production of various molded articles, includes hemp fibers of specified dimensions and humidity

Patent Assignee: RAVACHOL A (RAVA-I)

Inventor: RAVACHOL A

Number of Countries: 084 Number of Patents: 003

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
WO 200005294	A1	20000203	WO 99FR1812	A	19990723	200016 B
FR 2781492	A1	20000128	FR 989466	A	19980724	200019
AU 9949161	A	20000214	AU 9949161	A	19990723	200029

Priority Applications (No Type Date): FR 989466 A 19980724

Patent Details:

Patent No Kind Lan Pg Main IPC Filing Notes

WO 200005294 A1 F 12 C08J-005/04

Designated States (National): AL AM AT AU AZ BA BB BG BR BY CA CH CN CU
CZ DE DK EE ES FI GB GD GE GH GM HR HU ID IL IN IS JP KE KG KP KR KZ LC
LK LR LS LT LU LV MD MG MK MN MW MX NO NZ PL PT RO RU SD SE SG SI SK SL
TJ TM TR TT UA UG US UZ VN YU ZW

Designated States (Regional): AT BE CH CY DE DK EA ES FI FR GB GH GM GR
IE IT KE LS LU MC MW NL OA PT SD SE SL SZ UG ZW

AU 9949161 A C08J-005/04 Based on patent WO 200005294

FR 2781492 A1 C08J-005/04

Abstract (Basic): WO 200005294 A1

NOVELTY - Composite material comprises mixture of thermoplastic material free from chlorine atoms and phthalyl radicals and having melting point at most 200 degreesC, and hemp fibers of length below 2 mm and diameter smaller than or equal to 0.2 mm. The fibers incorporated into thermoplastic material have humidity up to 4 wt.%

DETAILED DESCRIPTION - Composite material comprises mixture of thermoplastic material free from chlorine atoms and phthalyl radicals and having melting point at most 200 degreesC, and hemp fibers of length below 2 mm and diameter smaller than or equal to 0.2 mm. The fibers incorporated into thermoplastic material have humidity up to 4 wt.% (preferably equal to or lower than 2 wt.%), contain up to 15 wt.% (preferably up to 5 wt.%) of ligneous materials, 7-21 wt.% of hemicellulose and 2-15 wt.% of pectin.

An INDEPENDENT CLAIM is also for the process of preparation of composite thermoplastic material, comprising heating base thermoplastic material to produce melt, and incorporating into it, by compounding, hemp fibers of required dimensions.

USE - In polymer industry, as composite thermoplastic material for production of wide range of molded objects.

ADVANTAGE - Composite material is free from chlorine compounds, such as polyvinyl chloride which during disposal by incineration generates gaseous effluents containing dioxins, and from phthalyl radicals, having carcinogenic properties.

pp; 12 DwgNo 0/0

Title Terms: COMPOSITE; THERMOPLASTIC; MATERIAL; PRODUCE; VARIOUS; ARTICLE; HEMP; SPECIFIED; DIMENSION; HUMIDITY

Derwent Class: A18; A28; A60

International Patent Class (Main): C08J-005/04

THIS PAGE BLANK (USPTO)

International Patent Class (Additional): C08J-003/20; C08L-023/06;
C08L-023/12; C08L-077/00; C08L-101/00; C08L-097-02
File Segment: CPI
?

1
r

THIS PAGE BLANK (USPTO)

PCTORGANISATION MONDIALE DE LA PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE
Bureau international

DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(51) Classification internationale des brevets ⁷ : C08J 5/04, C08L 101/00	A1	(11) Numéro de publication internationale: WO 00/05294 (43) Date de publication internationale: 3 février 2000 (03.02.00)
(21) Numéro de la demande internationale: PCT/FR99/01812 (22) Date de dépôt international: 23 juillet 1999 (23.07.99) (30) Données relatives à la priorité: 98/09466 24 juillet 1998 (24.07.98) FR (71)(72) Déposant et inventeur: RAVACHOL, André [FR/FR]; 16, rue Brantôme, F-75003 Paris (FR). (74) Mandataire: JOLLY, Jean-Pierre; Cabinet Jolly, 54, rue de Clichy, F-75009 Paris (FR).		(81) Etats désignés: AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CU, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZW, brevet ARIPO (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SL, SZ, UG, ZW), brevet eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG). Publiée <i>Avec rapport de recherche internationale.</i>
(54) Title: THERMOPLASTIC MATERIAL CONTAINING HEMP FIBRES (54) Titre: MATERIAU THERMOPLASTIQUE CONTENANT DES FIBRES DE CHANVRE (57) Abstract <p>The invention concerns a novel composite thermoplastic material wherein the thermoplastic material is free from chlorine atoms and phthalyl radicals and the hemp fibres have a moisture content of not more than 4 wt. %.</p> (57) Abrégé <p>Dans ce nouveau matériau thermoplastique composite, la matière thermoplastique est dépourvue d'atomes de chlore et de radicaux phthalyle et les fibres de chanvre ont une teneur en humidité d'au plus 4 % en poids.</p>		

UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

AL	Albanie	ES	Espagne	LS	Lesotho	SI	Slovénie
AM	Arménie	FI	Finlande	LT	Lituanie	SK	Slovaquie
AT	Autriche	FR	France	LU	Luxembourg	SN	Sénégal
AU	Australie	GA	Gabon	LV	Lettonie	SZ	Swaziland
AZ	Azerbaïdjan	GB	Royaume-Uni	MC	Monaco	TD	Tchad
BA	Bosnie-Herzégovine	GE	Géorgie	MD	République de Moldova	TG	Togo
BB	Barbade	GH	Ghana	MG	Madagascar	TJ	Tadjikistan
BE	Belgique	GN	Guinée	MK	Ex-République yougoslave de Macédoine	TM	Turkménistan
BF	Burkina Faso	GR	Grèce	ML	Mali	TR	Turquie
BG	Bulgarie	HU	Hongrie	MN	Mongolie	TT	Trinité-et-Tobago
BJ	Bénin	IE	Irlande	MR	Mauritanie	UA	Ukraine
BR	Brésil	IL	Israël	MW	Malawi	UG	Ouganda
BY	Bélarus	IS	Islande	MX	Mexique	US	Etats-Unis d'Amérique
CA	Canada	IT	Italie	NE	Niger	UZ	Ouzbékistan
CF	République centrafricaine	JP	Japon	NL	Pays-Bas	VN	Viet Nam
CG	Congo	KE	Kenya	NO	Norvège	YU	Yougoslavie
CH	Suisse	KG	Kirghizistan	NZ	Nouvelle-Zélande	ZW	Zimbabwe
CI	Côte d'Ivoire	KP	République populaire démocratique de Corée	PL	Pologne		
CM	Cameroun	KR	République de Corée	PT	Portugal		
CN	Chine	KZ	Kazakstan	RO	Roumanie		
CU	Cuba	LC	Sainte-Lucie	RU	Fédération de Russie		
CZ	République tchèque	LI	Liechtenstein	SD	Soudan		
DE	Allemagne	LK	Sri Lanka	SE	Suède		
DK	Danemark	LR	Libéria	SG	Singapour		
EE	Estonie						

MATERIAU THERMOPLASTIQUE CONTENANT DES FIBRES DE CHANVRE

L'invention concerne un nouveau matériau thermoplastique composite contenant des fibres de chanvre. L'invention
5 concerne également un procédé de préparation de ce matériau. L'invention concerne enfin les objets moulés réalisés à l'aide de ce matériau.

De très nombreuses matières plastiques sont actuellement disponibles sur le marché et leurs applications dans les
10 domaines les plus variés sont bien connues dans la technique. L'une d'entre elle, regroupée sous le nom de polymères thermodurcissables, présente l'inconvénient de ne pas être recyclable et de présenter quelques risques pour la santé des opérateurs. La présente invention s'est préoccupée
15 de ne pas la sélectionner et de lui préférer la famille des polymères thermoplastiques.

Un certain nombre de ces matières thermoplastiques présentant toutefois l'inconvénient de comporter, dans leur formule chimique, des atomes ou des radicaux qui, lorsqu'ils
20 sont libérés, par exemple à la suite d'une combustion, nuisent gravement à l'environnement. C'est le cas, en particulier, des polymères contenant du chlore, dont le plus fréquemment utilisé est le polychlorure de vinyle ou P.V.C., qui, en cas d'incinération d'ordures ou de déchets
25 industriels contenant des produits de ce type, conduisent au rejet à l'atmosphère de composés dangereux, notamment de dioxines. D'autres matières thermoplastiques, telles que celles comprenant des radicaux phtalyle, présentent des risques sérieux pour la santé, notamment de nature
30 cancérigène.

Les milieux techniques spécialisés se préoccupent donc de limiter l'emploi de tels polymères et de leur substituer d'autres matières thermoplastiques auxquelles des charges inertes appropriées formant renfort confèrent les propriétés
35 physiques requises, notamment de résistance mécanique. Parmi ces charges, les fibres de verre, puis les fibres de carbone et, enfin, plus récemment, les fibres minérales

monocristallines ont permis de réaliser de nouveaux matériaux thermoplastiques présentant un très large éventail de propriétés.

5 Les charges qu'ils contiennent posent toutefois des problèmes pratiques, lors de leur incorporation dans les matières thermoplastiques ou les résines de départ, car il est difficile d'obtenir une répartition homogène de ces fibres.

En outre, de telles charges sont relativement coûteuses.

10 On est donc à la recherche de nouvelles charges aptes à être réparties de façon homogène dans une matière thermoplastique et à leur conférer des propriétés physiques et mécaniques comparables à celles des fibres de la technique antérieure, voire améliorées par rapport à celles-
15 ci.

Il est par ailleurs souhaitable que les charges substituées à celles précédemment utilisées soient d'origine naturelle, qu'elles puissent représenter une fraction importante du matériau résultant de leur incorporation dans
20 une matière thermoplastique et, enfin, qu'elles soient de préférence recyclables.

On a par conséquent proposé d'utiliser dans ce but des fibres d'origine végétale à culture annuelle renouvelable, notamment de lin ou de chanvre, noyées dans des matières
25 thermoplastiques (voir, par exemple GB 2 090 849 A).

Les fibres courtes de lin présentant le défaut de s'enrouler sur elles-mêmes, au cours du moulage par injection de matériau composite obtenu, c'est donc sur les fibres de chanvre qu'ont porté les travaux du Demandeur. Des
30 essais montrant le même risque de défaut avec une longueur de fibre supérieure à 2 mm, la longueur moyenne des fibres a été réduite à 1 mm pour avoir l'assurance permanente du maintien de la géométrie aciculaire des fibres en mélange avec les polymères en fusion.

35 Pour permettre une application universelle du nouveau matériau composite, allant des objets à parois minces (0,6 à 1 mm d'épaisseur) aux pièces industrielles, la réduction et

l'homogénéisation du diamètre des fibres ont été portées à un diamètre moyen égal ou inférieur à 0,2 mm. On peut ainsi obtenir une dispersion très homogène de ces mini-fibres et il est ensuite possible d'utiliser sans problème le matériau complexe ainsi préparé dans des procédés de moulage par injection ou par extrusion, sans que les mini-brins de chanvre risquent d'obturer les buses d'injection ou les filières d'extrusion.

Les travaux effectués par le demandeur ont cependant montré qu'un facteur essentiel, pour l'obtention d'un matériau thermoplastique composite présentant des performances mécaniques satisfaisantes, dans lequel sont incorporées des fibres de chanvre des dimensions indiquées ci-dessus, est que les fibres de chanvre présentent lors de leur incorporation un taux d'humidité égal au plus à 4 % en poids et, de préférence, égal ou inférieur à 2 % en poids, ce qui implique de soumettre les fibres de départ à une opération de dessiccation, notamment par étuvage, avant leur incorporation dans la matière thermoplastique fondue.

L'invention a, par conséquent, pour objet un nouveau matériau thermoplastique composite comprenant, en mélange, une matière thermoplastique dépourvue d'atomes de chlore et de radicaux phtalyle et ayant une température de fusion inférieure à 200°C, et des fibres de chanvre d'une longueur inférieure à 2 mm et d'un diamètre inférieur ou égal à 0,2mm, ce matériau étant caractérisé en ce que les fibres incorporées dans la matière thermoplastique ont une teneur en humidité égale au plus à 4 % en poids et, de préférence, égale ou inférieure à 2 % en poids.

De préférence, les fibres de chanvre contiennent au plus 15 % en poids de matériau ligneux et, de préférence, au plus 5 % en poids.

Le taux d'hémicellulose peut être compris entre 7 et 21 % en poids et le taux de pectine peut varier de 2 à 15 %.

Le matériau thermoplastique conforme à l'invention est d'une couleur brune naturelle du plus bel effet, qui peut être plus ou moins foncée, suivant le taux de pectine et

d'hémicellulose des fibres de chanvre.

L'invention a également pour objet un procédé de
préparation du matériau thermoplastique défini ci-dessus,
dans lequel on amène par chauffage la matière
5 thermoplastique de base à l'état fondu et l'on y incorpore
par compoundage les fibres de chanvre des dimensions
désirées, ce procédé étant caractérisé en ce que,
préalablement à l'incorporation des fibres de chanvre,
celles-ci sont soumises à une opération de dessiccation,
10 notamment par étuvage, en vue d'abaisser leur teneur en
humidité à au plus 4 % en poids et de préférence, égale ou
inférieure à 2 % en poids.

Au-delà de cette teneur de 4 %, en effet, il n'est pas
possible de mélanger par compoundage de façon satisfaisante
15 la matière thermoplastique à l'état fondu et les fibres de
chanvre, car l'incorporation des fibres entraîne la
production de bulles de vapeur d'eau dans le matériau
thermoplastique.

De préférence, les fibres utilisées sont homogénéisées
20 en longueur et diamètre, par broyage et tamisage,
préalablement à la phase de dessiccation.

La matière thermoplastique doit avoir un point de fusion
inférieur ou égal à 200°C et elle peut appartenir aux
familles suivantes, y compris sous forme recyclée, dont la
25 liste n'est pas limitative :

- les élastomères, notamment E.V.A. (éthylène vinyle
acétate), S.B.S. (styrène butadiène styrène), E.S.B.S.
(éthylène styrène butadiène styrène), T P U (polyuréthane
thermoplastique) ;
- 30 - les polyoléfines, notamment PE (polyéthylènes haute et
basse densité), PP (polypropylène) et les copolymères propylène-
éthylène ;
- les polymères styréniques, notamment PS (polystyrène)
SB (polystyrène choc), SAN (polystyrène acrylonitrile), ABS
35 (acrylo butadiène styrène), ASA (acrylonitrile styrène
acrylate, et les copolymères PS/PP et PS/PE ;
- les composés polyacryliques, notamment PMMA

(polyméthacrylate de méthyle) ;

- les polyacétals, notamment POM (polyoxyméthylène) ;

- les polyamides, notamment le polyamide 12 et le polyamide 11 ;

5 - les polyéthers blocs amides, notamment ceux commercialisés sous l'appellation PEBAX ;

- les composés alvéolaires dérivés des précédents, notamment les mousses rigides PS, PE et PP, et les mousses souples EVA.

10 Les fibres de chanvre présentes dans le matériau thermoplastique conforme à l'invention représentent avantageusement de 5 à 30 % en poids de ce matériau.

Le matériau thermoplastique conforme à l'invention peut, de façon connue, être livré aux utilisateurs sous forme de
15 granulés, qui pourront ensuite être moulés. Ces granulés peuvent constituer des mélanges-mâtres à 50 % de fibres et 50 % de matière thermoplastique et, en vue d'un moulage par injection ou par extrusion, ces granulés peuvent ensuite être mélangés à une quantité additionnelle du matériau
20 thermoplastique vierge de base.

Naturellement, le matériau composite conforme à l'invention peut contenir des adjuvants usuels, notamment anti-oxygène, anti-rayonnement ultra-violet, anti-chocs, anti-statiques, ignifugeants, lubrifiants, colorants et
25 autres, ainsi que des désodorisants dans le produit fini moulé.

Le matériau composite conforme à l'invention peut également contenir des agents améliorant la cohésion entre les fibres de chanvre et la matière thermoplastique, tels
30 que des polymères fonctionnels du genre du polypropylène greffé, des polyamides et de certains copolymères.

De même, il est possible d'incorporer aussi dans le matériau composite conforme à l'invention des fibres autres que les fibres de chanvre, par exemple de courtes fibres de
35 verre, et des charges conventionnelles telles que du carbonate de calcium (calcaire), du talc, du mica, des fibres broyées de carbone, du noir de carbone, des farines

d'autres végétaux (bois, tourteaux) et de la pulpe ligneuse de chanvre (chènevotte).

5 Les fibres de chanvre présentes dans le matériau thermoplastique conforme à l'invention présentent l'avantage d'accroître de façon sensible la rigidité des matières thermoplastiques dans lesquelles elles sont incorporées, ce qui se traduit par une augmentation notable du module en traction de celles-ci et est particulièrement avantageux pour le moulage de nombreux objets.

10 Ces fibres permettent en outre d'obtenir un aspect de surface parfaitement satisfaisant et décoratif pour les objets moulés à partir des matières thermoplastiques dans lesquelles elles sont incorporées.

15 En particulier, comme indiqué ci-dessus, le matériau thermoplastique conforme à l'invention est auto-coloré, sa coloration brune, plus ou moins foncée suivant son taux de pectine et d'hémicellulose, permettant de l'utiliser tel quel pour de nombreuses applications.

20 Le matériau thermoplastique composite conforme à l'invention présente dans la majeure partie des cas des propriétés physiques et mécaniques sensiblement égales à celles de la matière thermoplastique de base et souvent supérieures à celles-ci, tout en présentant l'avantage de pouvoir être recyclé, sans nuire à l'environnement.

25 Diverses formes de mise en oeuvre de l'invention vont maintenant être décrites, à titre d'exemples non limitatifs, en vue d'illustrer les conditions de mise en oeuvre du procédé de fabrication du matériau thermoplastique composite et les propriétés physiques et mécaniques de celui-ci, comparativement à celles de la matière thermoplastique de départ. Les essais rapportés ont été effectués par le Centre de Valorisation Industrielle des Agro-Ressources, VALAGRO, de Poitiers.

EXEMPLE 1

35 Cet exemple illustre la réalisation, par la technique dite de compoundage, de matériaux composites conformes à l'invention, comprenant des fibres de chanvre, incorporées

dans diverses matières thermoplastiques.

Les fibres de chanvre utilisées dans les essais proviennent du procédé usuel de séparation de la paille de chanvre en filasse et en partie ligneuse (chènevotte),
5 employé par la Société dite La Chanvrière de l'Aube, à 10200 Bar sur Aube. La qualité de filasse choisie dans le cadre de l'invention ne contient plus qu'une teneur en fibres ligneuses inférieure ou égale à 5 %.

Ces fibres de chanvre ont un diamètre de l'ordre de
10 0,2 mm et une longueur inférieure ou égale à 1 mm. Elles sont tamisées à l'aide d'un tamis de maille 1 mm, en vue d'éviter des amas éventuels de fibres et sont étuvées pendant 14 heures, à une température de 105°C, de manière à
15 abaisser leur teneur en humidité à 2 % en poids, avant leur incorporation dans la matière thermoplastique.

Les matières thermoplastiques de base utilisées se présentent sous forme de granulés et elles ont toutes un point de fusion inférieur à 200°C. Ces matières thermoplastiques sont les suivantes :

- 20 - P₁ : polyéthylène basse densité, commercialisé sous l'appellation Lacqtène, référence 1200 MN 26 C ;
- P₂ : polyéthylène haute densité, commercialisé sous l'appellation Hostalen, référence GC 7260 ;
- P₃ : polypropylène, commercialisé sous l'appellation
25 Hostalen, référence 1780 S2 AST.

L'incorporation des fibres s'effectue par extrusion-compoundage en utilisant 20 parties en poids de fibres pour 100 parties en poids de matière thermoplastique.

L'étape d'extrusion compoundage est effectuée à l'aide
30 d'une extrudeuse bi-vis corotative de Marque CLEXTRAL et de type pilote BC21, équipée d'une filière creuse de 3 mm de diamètre. Cette machine comporte deux arbres sur lesquels viennent se positionner des éléments de vis dont la longueur totale est de 600 mm. La régulation en température est
35 réalisée avec des tronçons chauffés par des résistances ; la longueur du fourreau est de 670 mm. Suivant le polymère

utilisé et l'usage recherché, d'autres configurations de compoundage peuvent cependant être envisagées.

5 Cette machine permet de régler finement les températures de chacune des zones, ainsi que la vitesse de rotation des vis, à l'aide d'une armoire électrique. La régulation en température est précise, grâce à un système de refroidissement commandé par des électrovannes.

10 Le compound extrudé sort de l'extrudeuse sous forme de jonc et est immédiatement refroidi dans un bain d'eau avant d'être découpé sous forme de granulés à l'aide d'un granulateur. Ayant subi un trempage, le polymère extrudé contient une quantité d'eau non négligeable qu'il faut éliminer avant son injection ou sa réextrusion. Ceci est effectué lors d'un ultime étuvage.

15 L'alimentation de l'extrudeuse est réalisée par deux doseurs volumétriques de marque K-TRON. Le dosage volumétrique assure l'extraction du produit en continu, de manière à débiter toujours le même volume. Dans le cas des microfibres de chanvre, le doseur est équipé de deux vis
20 jumelles concaves, alors que, pour doser des granulés de polymères, on utilise deux vis sans fin. L'utilisation d'un système volumétrique nécessite la réalisation d'un étalonnage, afin de déterminer précisément les débits massiques, et donc, dans le cas d'un fonctionnement faisant
25 intervenir deux doseurs simultanément, de régler les deux débits dans le but d'obtenir le taux de fibres désiré.

Le Tableau 1 ci-après rassemble les conditions du compoundage.

TABLEAU 1

5		Matière traitée	Vitesse doseur polymère (1)	Vitesse doseur fibres (tr/mm)	Vitesse extrudeur (tr/mm)	Pression (105 Pa)	Couple (%)	Température (°C)	Débit (Kg/h)
10		P ₁ + 20% de chanvre	1,65	330	150	42-44	37-39	150	5,41
		P ₂ + 20% de chanvre	1,13	330	150	58-64	50-53	160	5,34
15		P ₃ + 20% de chanvre	1,25	330	150	36-40	47-50	180	5,38

(1) L'unité utilisée peut être quelconque. Seul est important le rapport des vitesses pour une même granulométrie de fibres et un débit déterminé.

Avec toutes les formulations testées dans de telles conditions, le compoundage ne pose aucun problème et le fonctionnement de l'extrudeuse s'effectue en mode automatique.

Aucune anomalie n'est relevée et le compound obtenu a des dimensions se prêtant à un moulage par injection dans des conditions usuelles.

L'aspect du matériau thermoplastique composite ainsi obtenu se révèle très satisfaisant, car les fibres se dispersent de façon parfaitement homogène au sein de la matière plastique.

Aucune bulle de vapeur d'eau n'est discernable dans le matériau thermoplastique composite résultant.

Exemple 2

Cet exemple vise à comparer les propriétés physiques de certains des matériaux thermoplastiques composites préparés ci-dessus à celles de la matière thermoplastique de base.

Dans ce but, des éprouvettes normalisées, répondant aux caractéristiques de la norme NFT 51-034, ont été réalisées sur une presse à injecter de marque ARBURG, ayant une

poussée de 50 tonnes et un diamètre de vis de 25 mm. Les matériaux utilisés pour réaliser ces éprouvettes ont préalablement été parfaitement étuvés, afin d'éliminer toute trace d'humidité.

- 5 Les conditions de réalisation par injection des éprouvettes sont rassemblées dans le Tableau 2 ci-après :

TABLEAU 2

10	Compound utilisé	Pression d'injection (10 ⁵ Pa)	Pression de maintien (10 ⁵ Pa)	Température (°C)	Temps de refroidissement (mn)	Temps de cycle (mn)
	P ₁	350	350	150-165	25	34
	P ₂	700	350	150-165	25	34
15	P ₃	350	500	160-175	27	36
	P ₁ + 20% de chanvre	400	350	150-165	25	34
20	P ₂ + 20% de chanvre	1000	550	150-165	25	33
25	P ₃ + 20% de chanvre	570	500	160-175	27	35

- 25 A l'aide des éprouvettes ainsi réalisées, les propriétés de résistance mécanique en traction des matériaux thermoplastiques composites conformes à l'invention ont été testées et comparées à celles des matières thermoplastiques de départ. Les essais ont été réalisés conformément à la
- 30 norme ISO/R 527, à température ambiante (23°C ± 1°C) et avec un allongement de 50 mm/mn.

Les résultats de ces essais sont rassemblés dans le Tableau 3 ci-après :

TABLEAU 3

5	Compound testé	Force maximale exercée (MPa)	Allongement (%)	Force exercée à la rupture (MPa)	Allongement (%)	Module en traction (MPa)
	P ₁	10,7	60,13	9	79	127
10	P ₁ + 20% de chanvre	11,1	19,23	10	23	412
	P ₂	24,0	10,03	11	350-400	646
15	P ₂ + 20% de chanvre	23,6	6,96	21	11	1130
	P ₃	38,8	8,28	21	17	1159
20	P ₃ + 20% de chanvre	33,2	5,34	32	7	1564

On constate que l'incorporation de fibres de chanvre dans le polyéthylène basse densité ou haute densité se traduit par une amélioration sensible des propriétés de résistance mécanique à la traction de la matière thermoplastique de base.

Dans le cas du polypropylène, on constate que l'addition des fibres de chanvre se traduit par une légère diminution des propriétés de résistance mécanique à la traction, mais que compense, et au-delà, les avantages :

- de pouvoir recycler le polypropylène additionné de ce type de charge ;
- de rigidifier la matière thermoplastique de départ, en modifiant de façon appréciable le module en traction, ce qui est d'une grande importance pour nombre d'objets moulés.

REVENDICATIONS

1. Matériau thermoplastique composite comprenant en mélange une matière thermoplastique dépourvue d'atomes de chlore et de radicaux phtalyle et ayant une température de fusion d'au plus 200°C, et des fibres de chanvre d'une longueur inférieure à 2 mm et d'un diamètre inférieur ou égal à 0,2 mm, ce matériau étant caractérisé en ce que les fibres incorporées dans la matière thermoplastique ont une teneur en humidité égale au plus à 4 % en poids et, de préférence, égale ou inférieure à 2 % en poids.
2. Matériau selon la revendication 1, caractérisé en ce que les fibres de chanvre contiennent au plus 15 % en poids de matériau ligneux et, de préférence, au plus 5 % en poids.
3. Matériau selon la revendication 2, caractérisé en ce que les fibres de chanvre ont un taux d'hémicellulose compris entre 7 et 21 % en poids.
4. Matériau selon l'une des revendications 2 et 3, caractérisé en ce que les fibres de chanvre ont un taux de pectine compris entre 2 et 15 % en poids.
5. Procédé de préparation d'un matériau thermoplastique composite selon l'une des revendications 1 à 4, dans lequel on amène par chauffage la matière thermoplastique de base à l'état fondu et l'on y incorpore par compoundage les fibres de chanvre des dimensions désirées, ce procédé étant caractérisé en ce que, préalablement à l'incorporation des fibres de chanvre, celles-ci sont soumises à une opération de dessiccation, notamment par étuvage, en vue d'abaisser leur teneur en humidité à au plus 4 % en poids et, de préférence, égale ou inférieure 2 % en poids.
6. Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que, préalablement à la dessiccation des fibres de chanvre, celles-ci sont homogénéisées en longueur et diamètre par broyage et tamisage.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/FR 99/01812

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 C08J5/04 C08L101/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 C08J C08L

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	GB 2 090 849 A (I. HISHIDA) 21 July 1982 (1982-07-21) cited in the application claims 1-3 page 1, line 19-21 page 1, line 45-57 example 1	1,5,6
Y	GB 2 278 365 A (STEMFORD PRODUCTS LIMITED) 30 November 1994 (1994-11-30) claims 1-5,7,12,14,15 page 4, line 5 - line 13 page 1, paragraph 5 -page 2, paragraph 2 -/--	1,5,6



Further documents are listed in the continuation of box C.



Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents :

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

- "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

10 November 1999

Date of mailing of the international search report

17/11/1999

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Hallemesch, A

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/FR 99/01812

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	EP 0 319 589 A (NAMBA PRESS WORKS CO. LTD) 14 June 1989 (1989-06-14) claims 1-3,7,10,12 page 5, paragraph 1 page 7, paragraph 2 example 2 ----	1,5,6
Y	DE 12 41 981 B (RUHRCHEMIE AG) 8 June 1967 (1967-06-08) claim 1 column 1, line 50 -column 2, line 31 ----	1,5,6
Y	US 3 988 270 A (M.S. WILLIS, JR. ET AL.) 26 October 1976 (1976-10-26) claims 1-3 column 2, line 27 - line 32 example 1 ----	1,5,6
Y	EP 0 031 745 A (SOCIETE INDUSTRIELLE ET COMMERCIALE DE TRANSFORMATION DES PLASTIQUES) 8 July 1981 (1981-07-08) claims 1,4 page 2, line 12 - line 20 ----	1,5,6
A	EP 0 496 689 A (LA CHANVRIERE DE L'AUBE) 29 July 1992 (1992-07-29) claim 1 column 1, line 11 - line 14 -----	1-4

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/FR 99/01812

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
GB 2090849 A	21-07-1982	JP 57108161 A DE 3150547 A	06-07-1982 22-07-1982
GB 2278365 A	30-11-1994	AU 6654594 A WO 9426491 A	12-12-1994 24-11-1994
EP 319589 A	14-06-1989	JP 1004652 A DE 3854646 D DE 3854646 T KR 9708215 B AT 129732 T AU 605608 B CA 1318067 A WO 8810286 A	09-01-1989 07-12-1995 21-03-1996 22-05-1997 15-11-1995 17-01-1991 18-05-1993 29-12-1988
DE 1241981 B		NONE	
US 3988270 A	26-10-1976	NONE	
EP 31745 A	08-07-1981	FR 2471274 A	19-06-1981
EP 496689 A	29-07-1992	FR 2671813 A AT 110702 T DE 69200353 D	24-07-1992 15-09-1994 06-10-1994

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Document Internationale No

PCT/FR 99/01812

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
CIB 7 C08J5/04 C08L101/00

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)
CIB 7 C08J C08L

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
Y	GB 2 090 849 A (I. HISHIDA) 21 juillet 1982 (1982-07-21) cité dans la demande revendications 1-3 page 1, ligne 19-21 page 1, ligne 45-57 exemple 1	1, 5, 6
Y	GB 2 278 365 A (STEMFORD PRODUCTS LIMITED) 30 novembre 1994 (1994-11-30) revendications 1-5, 7, 12, 14, 15 page 4, ligne 5 - ligne 13 page 1, alinéa 5 - page 2, alinéa 2	1, 5, 6

-/-

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent

"E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date

"L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)

"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens

"P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

"X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

"Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

"S" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

10 novembre 1999

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

17/11/1999

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Hallemeesch, A

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale No

Pct/FR 99/01812

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Identification des documents cités, avec le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
Y	EP 0 319 589 A (NAMBA PRESS WORKS CO. LTD) 14 juin 1989 (1989-06-14) revendications 1-3, 7, 10, 12 page 5, alinéa 1 page 7, alinéa 2 exemple 2 ---	1, 5, 6
Y	DE 12 41 981 B (RUHRCHEMIE AG) 8 juin 1967 (1967-06-08) revendication 1 colonne 1, ligne 50 - colonne 2, ligne 31 ---	1, 5, 6
Y	US 3 988 270 A (M.S. WILLIS, JR. ET AL.) 26 octobre 1976 (1976-10-26) revendications 1-3 colonne 2, ligne 27 - ligne 32 exemple 1 ---	1, 5, 6
Y	EP 0 031 745 A (SOCIETE INDUSTRIELLE ET COMMERCIALE DE TRANSFORMATION DES PLASTIQUES) 8 juillet 1981 (1981-07-08) revendications 1, 4 page 2, ligne 12 - ligne 20 ---	1, 5, 6
A	EP 0 496 689 A (LA CHANVRIERE DE L'AUBE) 29 juillet 1992 (1992-07-29) revendication 1 colonne 1, ligne 11 - ligne 14 -----	1-4

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Document internationale No

PCT/FR 99/01812

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
GB 2090849 A	21-07-1982	JP 57108161 A DE 3150547 A	06-07-1982 22-07-1982
GB 2278365 A	30-11-1994	AU 6654594 A WO 9426491 A	12-12-1994 24-11-1994
EP 319589 A	14-06-1989	JP 1004652 A DE 3854646 D DE 3854646 T KR 9708215 B AT 129732 T AU 605608 B CA 1318067 A WO 8810286 A	09-01-1989 07-12-1995 21-03-1996 22-05-1997 15-11-1995 17-01-1991 18-05-1993 29-12-1988
DE 1241981 B		AUCUN	
US 3988270 A	26-10-1976	AUCUN	
EP 31745 A	08-07-1981	FR 2471274 A	19-06-1981
EP 496689 A	29-07-1992	FR 2671813 A AT 110702 T DE 69200353 D	24-07-1992 15-09-1994 06-10-1994